

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局(43) 国際公開日  
2005 年 9 月 15 日 (15.09.2005)

PCT

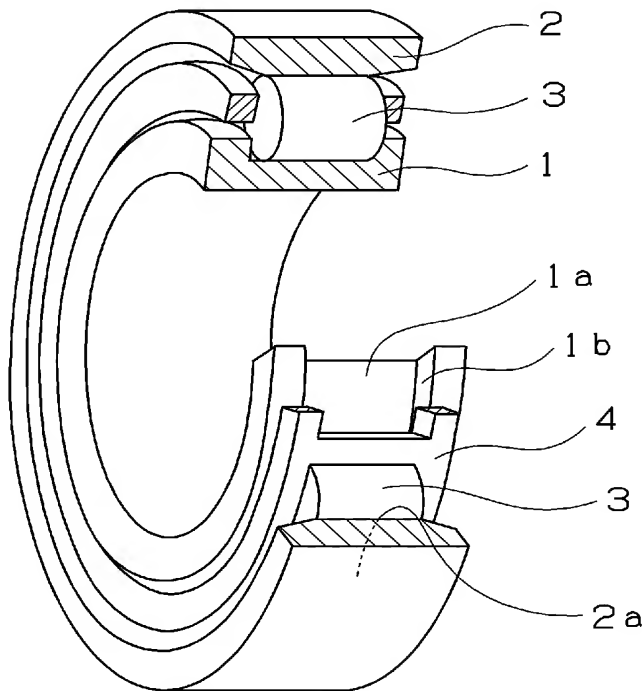
(10) 国際公開番号  
WO 2005/085400 A1

- (51) 国際特許分類: **C10M 135/00**, 135/04, 135/06, 135/18, 137/10 // (C10M 169/06, 177:00, F16C 33:66, C10M 169:06, 115:08, 117:02, 135:00, 135:04, 135:06, 135:18, 137:10), C10N 10:04, 10:12, 30:06, 40:02, 50:10, 70:00
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2005/003308
- (22) 国際出願日: 2005 年 2 月 28 日 (28.02.2005)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:  
特願2004-061115 2004 年 3 月 4 日 (04.03.2004) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): NTN 株式会社 (NTN CORPORATION) [JP/JP]; 〒5500003 大阪府大阪市西区京町堀 1 丁目 3 番 1 7 号 Osaka (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 三上 英信 (MIKAMI, Hidenobu).
- (74) 代理人: 和気 操 (WAKI, Misao); 〒5110811 三重県桑名市磯町 6 2 5 番地 Mie (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA,

[続葉有]

(54) Title: GREASE COMPOSITION AND METHOD FOR PRODUCTION THEREOF, AND ROLLING BEARING HAVING THE GREASE COMPOSITION SEALED THEREIN

(54) 発明の名称: グリース組成物およびその製造方法ならびに該グリース組成物封入転がり軸受



(57) Abstract: A grease composition which comprises a base oil, a thickener and an extreme-pressure additive having sulfur in its molecular structure, wherein the extreme-pressure additive is added in such an amount that the product of the amount of active sulfur (mgS/g) in said extreme-pressure additive and the amount (wt %) of said extreme-pressure additive relative to the whole grease composition is 3 to 13; a method for producing the above grease composition wherein the proportion of the extreme-pressure additive to be contained in said composition can be determined with ease; and a rolling bearing having the above grease composition sealed therein. The above grease composition can prevent the wear by friction on a lubricating face under a high load condition or in a state of occurrence of a sliding motion and thus is excellent in the long-term durability.

(57) 要約: 高荷重条件下、またはすべり運動が生じる状態での潤滑面での摩擦摩耗を防止し、長期耐久性に優れるグリース組成物および、該グリース組成物の極圧剤添加割合を容易に決定できる製造方法ならびに該グリース組成物封入転がり軸受を提供する。基油に、増ちょう剤と、分子構造内にイオウを含む極圧剤とを添加してなるグリース組成物であって、上記極圧剤は、該極圧剤中の活性イオウ量 (mg S / g)

とグリース組成物全体に対する該極圧剤の添加量 (重量%) との積が 3 ~ 13 となるように添加される。

WO 2005/085400 A1



SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告書

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各*PCT*ガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

## 明 細 書

グリース組成物およびその製造方法ならびに該グリース組成物封入転がり軸受

### 技術分野

[0001] 本発明は、高荷重下において潤滑性および耐荷重性に優れるグリース組成物およびその製造方法ならびにグリース組成物封入転がり軸受に関し、特に、鉄道車両、建設機械、鉄鋼製紙機械、自動車車輪指示部品、等速ジョイントなどに好適に使用できるグリース組成物およびその製造方法ならびに該グリース組成物封入転がり軸受に関する。

### 背景技術

[0002] グリース封入転がり軸受を高荷重条件下で使用する場合、潤滑グリースの潤滑膜が破断しやすくなることが知られている。潤滑油膜が破断すると金属接触が起こり、発熱、摩擦摩耗が増大する潤滑不良などの不具合が発生する。そのため、極圧剤（EP剤）含有グリースを使用して、上記金属接触に起因する不具合を防止している。従来、このような不具合を防止するものとして、メラミン（イソ）シアヌル酸付加物100重量部に対して、ポリテトラフルオロエチレン、二硫化モリブデンおよびモリブデンジチオカーバメートよりなる群から選ばれた固体潤滑剤を5〜1000重量部の割合で併用した固体潤滑剤含有グリース（特許文献1参照）が開示されている。また、摩耗を低減するため、モリブデンジチオカーバメートおよびポリサルフィドを含有してなるグリース組成物（特許文献2参照）などが開示されている。

[0003] しかしながら、鉄道車両、建設機械、鉄鋼製紙機械、自動車車輪指示部品等高荷重条件下で用いられる転がり軸受、等速ジョイントに使用する場合は、上記従来のグリース組成物では摩耗低減効果が十分でないという問題がある。これらの過酷な使用条件下においては、潤滑性および高荷重性を向上させ、潤滑油膜破断による金属接触を防止する必要がある。特に、ころ軸受は、内、外輪の転走面と転動体である「ころ」との間にころがり摩擦が、鏝部と「ころ」との間にすべり摩擦が発生し、ころがり摩擦に比べるとすべり摩擦は大きいため、鏝部で潤滑油膜の破断が起こりやすくなる

という問題がある。

また、玉軸受においては、転動体と保持器との間ですべりが生じ、さらに転動体と軌道輪間で差動すべりが生じるため潤滑油膜が破断しやすくなる。

この潤滑油膜の破断を防止するため上記のような分子構造内にイオウを含む極圧剤を用いる場合、その添加量が多すぎると軸受金属面が過剰に腐食され、軸受の寿命低下などを引き起こすという問題がある。また、この添加量の最適化は、極圧剤ごとに耐久試験などを繰り返し行ない決定するなど労力がかかり、特に複数の極圧剤を添加する場合では、多くの実験・検討を行なう必要がある。

特許文献1:特開昭61-12791号公報（特許請求の範囲）

特許文献2:特開平10-324885号公報（段落「0005」）

## 発明の開示

### 発明が解決しようとする課題

- [0004] 本発明はこのような問題に対処するためになされたもので、高荷重条件下、またはすべり運動が生じる状態での潤滑面での摩擦摩耗を防止し、長期耐久性に優れるグリース組成物および、該グリース組成物の極圧剤添加割合を容易に決定できる製造方法ならびに該グリース組成物封入転がり軸受を提供することを目的とする。

### 課題を解決するための手段

- [0005] 本発明のグリース組成物は、基油に、増ちょう剤と、分子構造内にイオウを含む極圧剤とを添加してなるグリース組成物であって、上記極圧剤は、該極圧剤中の活性イオウ量(mgS/g)とグリース組成物全体に対する該極圧剤の添加量(重量%)との積が3-13となるように添加されることを特徴とする。

また、上記極圧剤が2種以上であり、それぞれの極圧剤中の活性イオウ量(mgS/g)とグリース組成物全体に対するその極圧剤の添加量(重量%)との積を求め、すべての極圧剤についての該積を合計した値が3-13となるように極圧剤が添加されることを特徴とする。

また、上記増ちょう剤は、ウレア系化合物であることを特徴とする。

- [0006] ここで、活性イオウ量(mgS/g)とは、分子構造内にイオウを含む極圧剤の金属表面との反応性の高さを表す尺度として、以下の方法にて測定した値である。

試験管に銅粉末(関東化学製、粒径 75 ～ 150  $\mu\text{m}$ ) 0.5g、鉱物油(100cSt, 40°C、新日本石油社製、スーパーオイルN100) 4.75g、分子構造内にイオウを含む極圧剤 0.25g を入れて溶解させ、150°Cの温度、空気中で 4 時間攪拌する。試験前後のイオウ濃度(重量%)を、けい光X線分析により測定し、以下の数式(1)から活性イオウ量を算出する。すなわち、活性イオウ量は、特定の銅粉と、特定の鉱物油を条件としたときの値であり極圧剤毎に定まる。

[0007] [数1]

$$\text{活性イオウ量} = (x/100 - y/100) \times 1000 \quad [\text{mgS/g}] \quad (1)$$

x: 極圧剤を溶解させた潤滑油中のイオウ濃度(重量%) 150°Cでの攪拌前

y: 極圧剤を溶解させた潤滑油中のイオウ濃度(重量%) 150°Cで4時間攪拌後

式(1)に示すように、本発明における活性イオウ量(mgS/g)は、潤滑油1g中に含まれるイオウのうち、銅粉末と反応したイオウ量(mg)を表わすものである。よって、活性イオウ量の値が大きいほど、より多くのイオウが金属表面と反応しており、反応性に優れているといえる。

[0008] 高荷重条件下で用いられる転がり軸受に好適に使用するために、分子構造内にイオウを含む極圧剤を添加してグリース組成物を製造する場合、その添加量の最適値は、耐久試験などを繰り返し行ない決定する必要がある。分子構造内にイオウを含む極圧剤は、軸受金属表面において薄い硫化物層を形成することにより、潤滑能を担保していると考えられる。また、極圧剤に含まれるイオウのうち、実際に金属表面と反応して硫化物層を形成するのは一部であり、極圧剤の分子構造によってその反応性は異なる。よって、反応性に優れる極圧剤は添加量を少なく、反応性に乏しい極圧剤は添加量を多くする必要があると考えられる。

本発明はこのような知見に基づくものであって、極圧剤に含まれるイオウの反応性を示す尺度として活性イオウ量を上記の測定方法に基づき算出し、得られるグリース組成物が高荷重条件下で十分な潤滑性能を有する範囲内で、該活性イオウ量と該極圧剤の添加量との積が一定となるように、極圧剤の添加量を決定するものである。

なお、活性イオウ量(mgS/g)と、添加量(重量%)との積は、これらを掛け合わせた単位(mgS/g・重量%)を有するが、本発明では、極圧剤の添加量を決定するた

めの1つの指標であるとし、その単位を記載省略している。

また、分子構造内にイオウを含む極圧剤を配合したグリース組成物において、上記のように活性イオウ量と添加量との積を求めることにより、そのグリース組成物の評価を行なうこともできる。

[0009] 本発明のグリース組成物の製造方法は、基油に、増ちょう剤と、分子構造内にイオウを含む極圧剤とを添加する工程を備えてなるグリース組成物の製造方法であって、上記極圧剤は、該極圧剤中の活性イオウ量(mgS/g)とグリース組成物全体に対する該極圧剤の添加量(重量%)との積が3〜13となるように添加することを特徴とする。

[0010] 本発明のグリース組成物封入転がり軸受は、摺動部分に上記グリース組成物が封入されてなることを特徴とする。

#### 発明の効果

[0011] 本発明のグリース組成物は、分子構造内にイオウを含む極圧剤を、該極圧剤中の活性イオウ量(mgS/g)とグリース組成物全体に対する該極圧剤の添加量(重量%)との積が3〜13となるように添加するので、耐摩耗性、長期耐久性に優れる。また、極圧剤の添加量を、活性イオウ量との関係から決定できるので、新規添加剤を用いる場合でもその添加量についての試行錯誤実験などの負担を軽減できる。

また、2種以上の極圧剤を添加する場合でも、それぞれの極圧剤中の活性イオウ量(mgS/g)とグリース組成物全体に対するその極圧剤の添加量(重量%)との積を求め、すべての極圧剤についての該積を合計した値が3〜13となるように極圧剤の添加量を決定できるので、グリース組成物の製造設計が容易である。

[0012] 本発明のグリース組成物の製造方法は、分子構造内にイオウを含む極圧剤を、該極圧剤中の活性イオウ量(mgS/g)とグリース組成物全体に対する該極圧剤の添加量(重量%)との積が3〜13となるように添加するので、耐摩耗性、長期耐久性に優れたグリース組成物が得ることができる。

[0013] 本発明のグリース組成物封入転がり軸受は、その摺動部分に上記グリース組成物が封入されてなるので、耐摩耗性、長期耐久性に優れ、高荷重条件下でも好適に使用することができる。

## 図面の簡単な説明

[0014] [図1]ころ軸受の一部切り欠き斜視図である。

[図2]極圧性評価試験装置を示す図である。

[図3]極圧剤の活性イオウ量と添加量との積と、極圧性評価試験の寿命時間との関係を示す図である。

## 符号の説明

- [0015]
- 1 内輪
  - 2 外輪
  - 3 ころ
  - 4 保持器
  - 5 回転軸
  - 6、7 リング状試験片
  - 8 端面

## 発明を実施するための最良の形態

[0016] 本発明のグリース組成物は、基油に、増ちょう剤と、分子構造内にイオウを含む極圧剤を該極圧剤中の活性イオウ量(mgS/g)と、グリース組成物全体に対する該極圧剤の添加量(重量%)との積が3〜13となるように添加することで得られる。したがって、活性イオウ量(mgS/g)と添加量(重量%)との積が3〜13となるかぎりにおいて、極圧剤の種類および添加量を任意に選択することができる。

また、極圧剤は2種以上を混合して添加してもよい。この場合、それぞれの極圧剤中の活性イオウ量(mgS/g)とグリース組成物全体に対するその極圧剤の添加量(重量%)との積を求め、すべての極圧剤についての該積を合計した値が3〜13となるように添加する。

[0017] 本発明において使用できる分子構造内にイオウを含む極圧剤としては、例えば、硫化油脂、硫化オレフィン、硫化エステル、モリブデンジチオカーバメイト、亜鉛ジチオカーバメイト、ジチオリン酸亜鉛、ジチオリン酸モリブデンまたはこれらを2種類以上混合した混合物などが挙げられる。後述する本発明のグリース組成物の基油としてポリ- $\alpha$ -オレフィン油を使用する場合では、該基油への溶解性に優れることから、硫化

油脂、硫化オレフィン、モリブデンジチオカーバメイト、亜鉛ジチオカーバメイトなどを用いることが特に好ましい。

硫化油脂としては、硫化ラード、硫化なたね油、硫化ひまし油、硫化大豆油、硫化米ぬか油などが挙げられる。市販品としては、ルブリゾールLz5346(ルブリゾール社製商品名)、ルブリゾールLz5006(ルブリゾール社製商品名)等が挙げられる。

硫化オレフィンとしては、プロピレン、イソブテン、ジイソブテンなどが挙げられる。市販品としては、アングラモール33(ルブリゾール社製商品名)、アングラモール3310(ルブリゾール社製商品名)等が挙げられる。

モリブデンジチオカーバメイトの市販品としては、モリバン822(バンダービルド社商品名)を、亜鉛ジチオカーバメイトの市販品としては、バンループAZ(バンダービルド社商品名)をそれぞれ挙げる事ができる。

[0018] 本発明のグリース組成物において使用できる基油としては、例えば、鉱油、ポリ $\alpha$ -オレフィン油、エステル油、フェニルエーテル油、フッ素油、さらに、フッシャートロップシュ反応で合成される合成炭化水素油(GTL基油)などが挙げられる。この中でも、ポリ $\alpha$ -オレフィン油または鉱油から選ばれた少なくとも一種を使用することが好ましい。上記のポリ $\alpha$ -オレフィン油としては、通常、 $\alpha$ -オレフィンまたは異性化された $\alpha$ -オレフィンのオリゴマーまたはポリマーの混合物である。 $\alpha$ -オレフィンの具体例としては、1-オクテン、1-ノネン、1-デセン、1-ドデセン、1-トリデセン、1-テトラデセン、1-ペンタデセン、1-ヘキサデセン、1-ヘプタデセン、1-オクタデセン、1-ノナデセン、1-エイコセン、1-ドコセン、1-テトラコセンなどを挙げることができ、通常はこれらの混合物が使用される。また、鉱油としては、例えば、パラフィン系鉱油、ナフテン系鉱油などの一般に潤滑油やグリースの分解で使用されているものをいずれも使用できる。

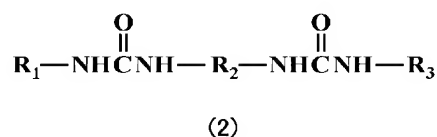
[0019] 本発明における基油は、40°Cの動粘度が30-200mm<sup>2</sup>/sの範囲が好ましい。該動粘度が、30mm<sup>2</sup>/s未満の場合は蒸発量が増加し、耐熱性が低下するので好ましくなく、また、200mm<sup>2</sup>/sをこえると回転トルクの増加による軸受の温度上昇が大きくなるので好ましくない。

[0020] 本発明のグリース組成物に使用できる増ちょう剤としては、アルミニウム石けん、リチ



ウム石けん、ナトリウム石けん、複合リチウム石けん、複合カルシウム石けん、複合アルミニウム石けんなどの金属石けん系増ちょう剤、ジウレア化合物、ポリウレア化合物等のウレア系化合物が挙げられる。耐熱性等を考慮するとウレア系化合物が好ましく、特に下記式(2)で示すジウレア化合物が好ましい。これらの増ちょう剤は、単独または2種類以上組み合わせて用いてもよい。

[0021] [化1]



(式(1)中の $\text{R}_2$ は、炭素数が6～15の2価の芳香族系炭化水素基を表し、 $\text{R}_1$ および $\text{R}_3$ は炭素数6～12の芳香族系炭化水素基、炭素数6～20の脂環族炭化水素基、または6～20の脂肪族炭化水素基を表す。なお、 $\text{R}_1$ および $\text{R}_3$ は、同一の基であっても異なる基であってもよい。)

[0022]  $\text{R}_2$ は炭素数が上記範囲未満であるとグリースの増ちょう性が劣り、上記範囲をこえるとグリース組成物が硬化し易くなる。 $\text{R}_2$ としては、例えば、芳香族単環、芳香族縮合環、これらがメチレン鎖、シアヌル環、イソシアヌル環等で連結された基等が挙げられる。

$\text{R}_1$ および $\text{R}_3$ は炭素数が上記範囲未満であると耐熱性が劣り、上記範囲をこえると増ちょう性が劣る。 $\text{R}_1$ および $\text{R}_3$ としては、例えば、芳香族炭化水素基として、フェニル基、トリイル基、キシリル基、*t*-ブチルフェニル基、ベンジル基などが、脂環族炭化水素基として、シクロヘキシル基、メチルシクロヘキシル基、ジメチルシクロヘキシル基などが挙げられる。また、脂肪族炭化水素基としては、直鎖アルキルアミノ化合物類などが好ましく、例えば、*n*-ドコシルアミン、*n*-オクチネルアミン、*n*-イコシルアミン等が挙げられる。

[0023] 上記ウレア系化合物の配合割合は、グリース組成物全体に対して5～30重量%である。5重量%未満では、増ちょう効果が少なくなり、グリース化が困難となり、30重量%をこえると所望の効果が得られにくくなる。

[0024] 本発明のグリース組成物には、極圧剤以外に必要な応じて公知の添加剤を含有さ

せることができる。この添加剤として、例えば、アミン系、フェノール系等の酸化防止剤、ベンゾトリアゾール、亜硝酸ソーダなどの金属不活性剤、ポリメタクリレート、ポリスチレン等の粘度指数向上剤、二硫化モリブデン、グラファイト等の固体潤滑剤等が挙げられる。これらを単独または2種類以上組み合わせて添加できる。

- [0025] 本発明の製造方法により製造されたグリース組成物が封入される転がり軸受を図1を参照して説明する。図1はころ軸受の一部切り欠き斜視図である。ころ軸受は内輪1と外輪2との間にころ3が保持器4を介して配置されている。ころ3は内輪1の転走面1aと外輪2の転走面2aとの間でころがり摩擦を受け、内輪1の鍔部1bとの間ですべり摩擦を受ける。これらの摩擦を低減するために本発明のグリース組成物が封入されている。

## 実施例

- [0026] 実施例1～実施例10、比較例1～比較例4

イオウを含む極圧剤として、硫化油脂、硫化オレフィン、モリブデンジチオカーバマイト、亜鉛ジチオカーバマイトについて、上記式(1)に基づき活性イオウ量(mgS/g)をそれぞれ求めた。結果を表1に示す。また、該活性イオウ量(mgS/g)との積が3～13となる各極圧剤の添加量(重量%)の範囲を表1に併せて示す。

実施例1～実施例6および比較例1～比較例4では、リチウム石けん／鉱油系グリース(動粘度  $100\text{mm}^2/\text{s}$  ( $40^\circ\text{C}$ )、混和ちょう度 220)に表2に示す割合で上記極圧剤を添加したグリース組成物を試作した。

実施例7および実施例8では、ポリ- $\alpha$ -オレフィン(シンフルード801、新日鉄化学社商品名:動粘度  $46\text{mm}^2/\text{s}$  ( $40^\circ\text{C}$ ))2000g中で、4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネート60.6g、オクチルアミン31.3g、ステアリルアミン66.2gとを反応させたグリースであるウレア/PAO系グリースAに、表2に示す割合で上記極圧剤を添加したグリース組成物を試作した。

実施例9および実施例10では、ポリ- $\alpha$ -オレフィン(シンフルード801、新日鉄化学社商品名:動粘度  $46\text{mm}^2/\text{s}$  ( $40^\circ\text{C}$ ))1640g中で、4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネート200.8g、シクロヘキシルアミン159.2gとを反応させたグリースであるウレア/PAO系グリースBに、表2に示す割合で上記極圧剤を添加したグリース組成物を試作した。

。

なお、各実施例では、活性イオウ量(mgS/g)と添加量(重量%)との積を表1に示す範囲内とし、各比較例では該範囲外とした。

得られたグリース組成物について以下に記す極圧性評価試験、ころ軸受試験を行った。結果を表2に併記した。

#### [0027] 極圧性評価試験

極圧性評価試験装置を図2に示す。評価試験装置は、回転軸5に固定されたφ40×10のリング状試験片6と、この試験片6と端面8にて端面同士が擦り合わされるリング状試験片7とで構成される。グリース組成物を端面8部分に塗布し、回転軸5を回転数 2000 rpm、図2中A方向のアキシアル荷重を 490 N、ラジアル荷重を 392 Nとして極圧性を評価した。極圧性は回転軸5の振動を振動センサにて測定し、その振動値が初期値の2倍になるまでの時間で評価した。

#### [0028] ころ軸受試験

30206円すいころ軸受にグリースを 3.6g 封入し、アキシアル荷重 980 N、回転数 2600 rpm、室温にて運転し、回転中の鏝部表面温度を測定した。運転開始後、4時間～8時間までの鏝部表面温度の平均値を算出した。

#### [0029] [表1]

	A: 活性イオウ量(mgS/g)	B: 添加量範囲(重量%)	A×B
硫化油脂 <sup>1)</sup>	0.8	3.75～16.25	3～13
硫化オレフィン <sup>2)</sup>	2.8	1.07～4.64	3～13
MoDTC <sup>3)</sup>	2.6	1.15～5	3～13
ZnDTC <sup>4)</sup>	1.9	1.57～6.85	3～13

1): ルブリゾール Lz5346 (ルブリゾール社製)

2): アングラモール33 (ルブリゾール社製)

3): Molyvan 822 (バンダービルド社製)

4): Vanlude AZ (バンダービルド社製)

#### [表2]

	実施例										比較例			
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	1	2	3	4
配合(重量%)														
グリース														
Li / 鉱油系グリース	95	97	95	95	97.5	95	-	-	-	-	100	95	95	97.5
ウレア/PAO系グリースA	-	-	-	-	-	-	95	95	-	-	-	-	-	-
ウレア/PAO系グリースB	-	-	-	-	-	-	-	-	95	95	-	-	-	-
極圧剤														
硫化油脂 <sup>1)</sup>	5	-	-	-	-	2.5	5	-	5	-	-	-	-	2.5
硫化オレフィン <sup>2)</sup>	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	5	-	-
MoDTC <sup>3)</sup>	-	-	5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
ZnDTC <sup>4)</sup>	-	-	-	5	2.5	2.5	-	5	-	5	-	-	-	-
ZnDTP <sup>5)</sup>	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	5	-
活性イオウ量(mgS/g) × 添加量(重量%)	4	8.4	13	9.5	4.75	7	4	9.5	4	9.5	0	14	0.5	2
特性														
極圧性評価試験, h	92	99	62	59	62	67	145	165	185	200	16	33	40	34
ころ軸受試験, °C	64	64	68	66	68	66	62	60	62	58	85	79	82	74

1) : ルブリゾール Lz5346 (ルブリゾール社製)

2) : アングラモール33 (ルブリゾール社製)

3) : Molyvan 822 (バンダービルド社製)

4) : Vanlude AZ (バンダービルド社製)

5) : ルブリゾール Lz1097 (ルブリゾール社製)

[0030] 実施例1〜10および比較例1〜4について、活性イオウ量(mgS/g)と添加量(重量%)との積と、極圧性評価試験における寿命時間との関係を図3に示した。図3において、横軸は活性イオウ量(mgS/g)と添加量(重量%)との積を、縦軸は極圧性評価試験における寿命時間(h)をそれぞれ示す。

表2および図3に示すように、イオウを含む極圧剤をその活性イオウ量(mgS/g)と添加量(重量%)との積が3〜13となるように添加したグリース組成物は、耐摩耗性が向上している。また、図3より、活性イオウ量(mgS/g)と添加量(重量%)との積が4〜10の範囲では、より寿命時間が長く好ましいといえる。

また、表2に示すようにイオウを含む極圧剤を活性イオウ量(mgS/g)と添加量(重量%)との積が3〜13となるように添加したグリース組成物を封入した各実施例に係る軸受は、鏝部での発熱が小さく、すべり部での金属接触が防止できている。そのため、長期耐久性に優れる。

## 産業上の利用可能性

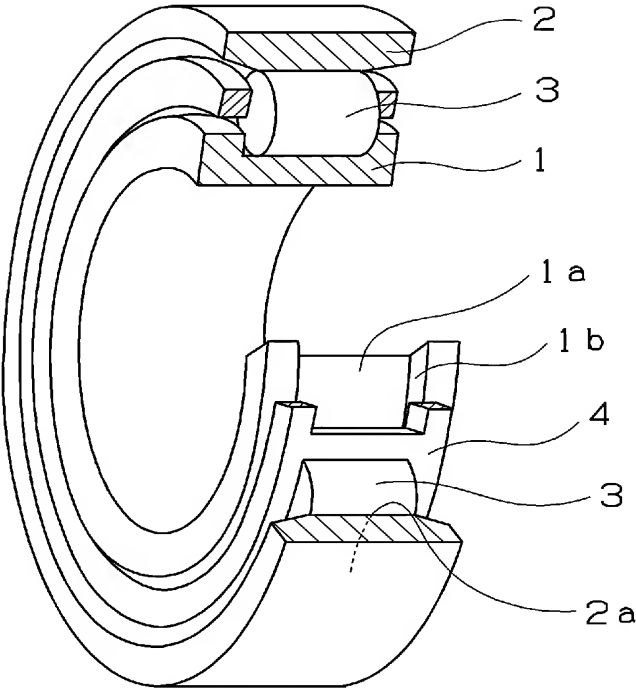
[0031] 本発明のグリース組成物は、耐摩耗性、長期耐久性に優れ、高荷重条件下でも好適に使用することができるので、鉄道車両、建設機械、鉄鋼製紙機械、自動車車輪指示部品、等速ジョイントなどにおいて使用される円筒ころ軸受、円すいころ軸受、自動調心ころ軸受、針状ころ軸受、スラスト円筒ころ軸受、スラスト円すいころ軸受、スラスト針状ころ軸受、スラスト自動調心ころ軸受、玉軸受などの転がり軸受に封入する

グリース組成物として使用できる。

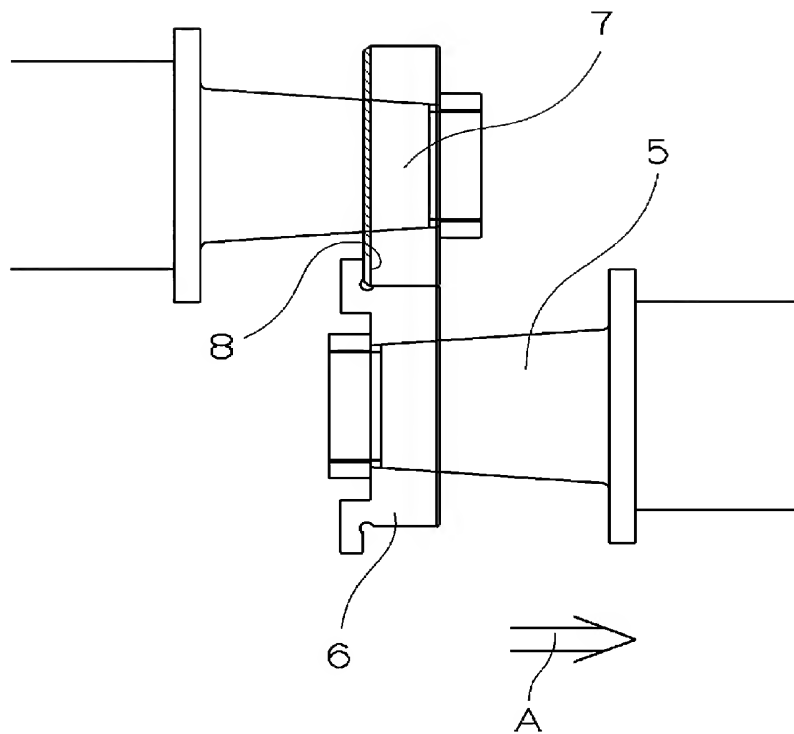
### 請求の範囲

- [1] 基油に、増ちょう剤と、分子構造内にイオウを含む極圧剤とを添加してなるグリース組成物であって、  
前記極圧剤は、該極圧剤中の活性イオウ量(mgS/g)とグリース組成物全体に対する該極圧剤の添加量(重量%)との積が3〜13となるように添加されることを特徴とするグリース組成物。
- [2] 前記極圧剤が2種以上であり、それぞれの極圧剤中の活性イオウ量(mgS/g)とグリース組成物全体に対するその極圧剤の添加量(重量%)との積を求め、すべての極圧剤についての該積を合計した値が3〜13となるように極圧剤が添加されることを特徴とする請求項1記載のグリース組成物。
- [3] 前記極圧剤は、硫化油脂、硫化オレフィン、硫化エステル、モリブデンジチオカーバメイト、亜鉛ジチオカーバメイトおよびジチオリン酸亜鉛、ジチオリン酸モリブデンから選ばれた少なくとも1つの極圧剤であることを特徴とする請求項1記載のグリース組成物。
- [4] 前記増ちょう剤は、ウレア系化合物または金属石けん系から選ばれた少なくとも1つの増ちょう剤であることを特徴とする請求項1または請求項2記載のグリース組成物。
- [5] 基油に、増ちょう剤と、分子構造内にイオウを含む極圧剤とを添加する工程を備えてなるグリース組成物の製造方法であって、  
前記極圧剤は、該極圧剤中の活性イオウ量(mgS/g)とグリース組成物全体に対する該極圧剤の添加量(重量%)との積が3〜13となるように添加することを特徴とするグリース組成物の製造方法。
- [6] 内輪および外輪と、この内輪および外輪間に介在する転動体と、この転動体の周囲にグリース組成物を封入してなる転がり軸受であって、  
前記グリース組成物が請求項1、請求項2または請求項3記載のグリース組成物であることを特徴とするグリース組成物封入転がり軸受。
- [7] 前記転がり軸受がころ軸受であることを特徴とする請求項5記載の転がり軸受。

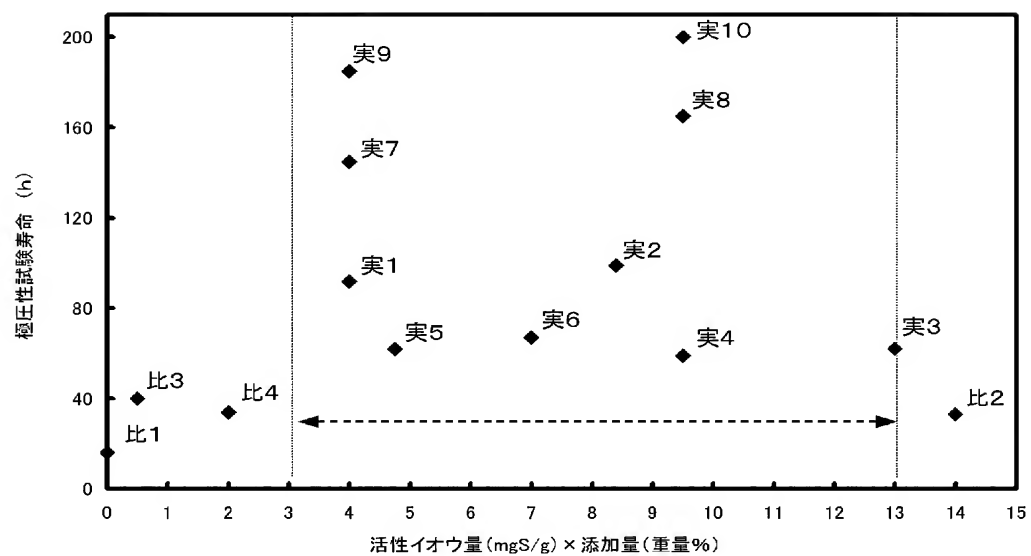
[図1]



[図2]



[図3]





## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2005/003308

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl.<sup>7</sup> C10M135/00, 135/04, 135/06, 135/18, 137/10, 169/06, 177/00,  
F16C33/66// (C10M169/06, 115:08, 117:02, 135:00, 135:04, 135:06,  
135:18, 137:10), C10N10:04, 10:12, 30:06, 40:02, 50:10, 70:00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl.<sup>7</sup> C10M135/00-135/36, 115/08, 117/02-117/04, 137/10, 169/06,  
177/00, C10N10:04, 10:12, 30:06, 40:02, 50:10, 70:00,  
F16C33/66

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2005  
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2004 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2005

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	JP 2000-53989 A (Kyodo Yushi Co., Ltd.), 22 February, 2000 (22.02.00), (Family: none)	1-5 6-7
X Y	JP 11-172276 A (Kyodo Yushi Co., Ltd. et al.), 29 June, 1999 (29.06.99), (Family: none)	1-5 6-7
X Y	JP 10-273691 A (Kyodo Yushi Co., Ltd. et al.), 13 October, 1998 (13.10.98), & AU 9859708 A & DE 19814124 A1 & FR 2761372 A1 & GB 2323851 A & JP 10-273692 A & KR 98080848 A & US 5952273 A	1-5 6-7

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

## \* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

27 May, 2005 (27.05.05)

Date of mailing of the international search report

14 June, 2005 (14.06.05)

Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2005/003308

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	JP 9-255983 A (Kyodo Yushi Co., Ltd. et al.), 30 September, 1997 (30.09.97), & DE 69626781 T2 & EP 796910 A1 & US 5604187 A	1-5 6-7
X Y	JP 10-121080 A (Showa Shell Sekiyu Kabushiki Kaisha), 12 May, 1998 (12.05.98), & AU 9851211 A & BR 9711936 A & CN 1235631 A & CZ 9901342 A3 & EP 960180 A1 & HU 200000452 A & KR 2000049192 A & MX 9903591 A & WO 98/17748 A1	1-5 6-7
Y	JP 2003-342593 A (NSK Ltd. et al.), 03 December, 2003 (03.12.03), & AU 2003235450 A & WO 03/099973 A1	6-7
P,X	JP 2005-8825 A (NTN Corp.), 13 January, 2005 (13.01.05), (Family: none)	1-7

## A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl.<sup>7</sup> C10M 135/00, 135/04, 135/06, 135/18, 137/10, 169/06, 177/00, F16C 33/66  
 //(C10M 169/06, 115/08, 117/02, 135/00, 135/04, 135/06, 135/18, 137/10)  
 C10N 10/04, 10/12, 30/06, 40/02, 50/10, 70/00

## B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl.<sup>7</sup> C10M 135/00-135/36, 115/08, 117/02-117/04, 137/10, 169/06, 177/00,  
 C10N 10/04, 10/12, 30/06, 40/02, 50/10, 70/00,  
 F16C 33/66

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2004年
日本国実用新案登録公報	1996-2005年
日本国登録実用新案公報	1994-2005年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X	J P 2000-53989 A (協同油脂株式会社), 2000.02.22	1-5
Y	(ファミリーなし)	6-7
X	J P 11-172276 A (協同油脂株式会社 外1名), 1999.06.29	1-5
Y	(ファミリーなし)	6-7

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの  
 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの  
 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)  
 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献  
 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの  
 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの  
 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの  
 「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

27.05.2005

国際調査報告の発送日

14.6.2005

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

山本 昌広

電話番号 03-3581-1101 内線 3483

4V

9280

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X	J P 10-273691 A (協同油脂株式会社 外1名), 1998. 10. 13	1-5
Y	&AU 9859708 A &DE 19814124 A1 &FR 2761372 A1 &GB 2323851 A &JP 10-273692 A &KR 98080848 A &US 5952273 A	6-7
X	J P 9-255983 A (協同油脂株式会社 外1名), 1997. 09. 30	1-5
Y	&DE 69626781 T2 &EP 796910 A1 &US 5604187 A	6-7
X	J P 10-121080 A (昭和シェル石油株式会社), 1998. 05. 12	1-5
Y	&AU 9851211 A &BR 9711936 A &CN 1235631 A &CZ 9901342 A3 &EP 960180 A1 &HU 200000452 A &KR 2000049192 A &MX 9903591 A &WO 98/17748 A1	6-7
Y	J P 2003-342593 A (日本精工株式会社 外1名), 2003. 12. 03 &AU 2003235450 A &WO 03/099973 A1	6-7
P, X	J P 2005-8825 A (NTN株式会社), 2005. 01. 13 (ファミリーなし)	1-7